

高等学校教学用书

工科化学实验系列丛书

ZHONGJI HUAXUE SHIYAN

中级化学实验

主 编 宗汉兴 毛红雷
副主编 应丽艳 张胜建 江海亮



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

高等学校教学用书

工科化学实验系列丛书

中级化学实验

浙江大学宁波理工学院

主 编 宗汉兴 毛红雷

副主编 应丽艳 张胜建 江海亮

浙江大学出版社

内容简介

本系列教材从化学一级学科角度出发,根据化学实验的内在规律和联系,将原来无机、分析、有机、物化和仪器分析等化学实验,去粗取精,重组融汇整合成新体系的化学实验,本教材是其中的中级化学实验部分。全书共五章40个实验,包括基础测量技术、电化学测量及应用、组成测定及结构分析、物性及其测量、综合性和研究性实验等内容。着重加强学生的实验基本操作技能以及正确使用各类仪器设备测试和处理实验数据的能力,提高分析和解决实际问题的能力,培养学生的创新思维、创新意识和创新能力。

本书适合作为高等院校相关专业,尤其是非化学类工科专业的实验教学教材,也可作为相关人员的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

中级化学实验 / 宗汉兴,毛红雷主编. —杭州:浙江大学出版社,2008.5

ISBN 978-7-308-05921-3

I. 中… II. ①宗…②毛… III. 化学实验 IV. 06-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2008)第057579号

中级化学实验

宗汉兴 毛红雷 主编

责任编辑 王大根

封面设计 刘依群

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路148号 邮政编码310028)

(E-mail: zupress@mail.hz.zj.cn)

(网址: <http://www.zjupress.com>

<http://www.press.zju.edu.cn>)

排 版 浙江大学出版社电脑排版中心

印 刷 杭州浙大同济教育彩印有限公司

开 本 787mm×960mm 1/16

印 张 14

字 数 260千字

版 印 次 2008年5月第1版 2008年5月第1次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-05921-3

定 价 21.00元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部邮购电话 (0571)88925591

前 言

化学实验是培养学生基本操作技术、创新意识、创新能力、创新精神和优良素养的有力手段,而且有它的不可替代性。因此,化学实验应强调以培养学生实验基本技术和技能为主、验证课堂理论为辅的原则。浙江大学从1985年开始,系统、综合地考虑化学系学生在校期间应培养哪些实验基本技术和技能,熟悉哪些实验仪器和培养哪些优良素养等因素,重组了基础化学实验课和体系,分三个阶段多层次进行实验教学的教改模式,这一指导思想同样适合非化学类专业的化学实验教学。

通过长期的化学实验教学经验积累,我们深感化学实验完全可以从化学一级学科角度出发,根据化学实验自身的内在规律和联系,重组整合实验内容,会更有利于学生基本操作技术和技能的培养。为此,我们将原来的无机、分析、有机、物化和仪器分析化学等实验内容去粗取精,重组融汇,按化学实验基本操作、一般仪器的操作使用、物质的分离提纯与定量测量、各类化合物的合成、物性测量、物质的成分分析、结构表征及各类化学实验技能在化学研究中的应用——综合化学实验等内容由浅入深、分层次、分阶段地进行实验教学,完全打破了过去按无机、分析、有机、物化等学科来安排化学实验的习惯。因此,我们在原教材基础上,经过几年在非化学类工科专业学生中的教学实践,并结合浙江大学宁波理工学院培养应用型创新人才的目标和学生的知识理论基础以及实验学时数相对偏少的特点,几经修改、筛选后整合成一套全新实验体系的化学实验教材,包括“基础化学实验”、“中级化学实验”和“综合化学实验”三部分。

本教材为中级化学实验部分,内容包括电化学、物性及其测量、组成测定和结构分析及利用近代仪器分析技术测定物化参数等综合化学实验,本教材在内容的选取及编写中突出了以下几点:

(1)同一实验中同时采用积木式和组装式仪器进行实验教学,有利于学生熟悉实验原理,掌握实验操作技术;

(2)增加了高压和低真空实验内容,拓宽了学生的知识面;

(3)实验中尽量采用现代化先进测试手段,如微电脑、实验数据分析记录仪(无纸记录仪)和各种电子显示仪表等;

(4)用数字式真空测压仪替代U形汞柱测压计以消除汞对实验室环境的污染等,在化学实验中体现了绿色化学理念;

(5)同一物理量的测量介绍了不同的测量方法或同一测量方法应用于不同的研究对象；

(6)各类大型仪器的操作技术及一些先进测试手段的应用,如顶空技术、蒸发光散射检测器等；

(7)采用近代仪器测定物性参数等综合化学实验。

(8)在附录中较详细地列出了近年出版的有关实验教材及研究资料目录,便于学生查阅。

本系列教材是在非化学类专业中进行化学实验教学系统改革的一种尝试。从化学一级学科出发,根据化学实验技术的特点和纵向关系,探索一条融合基本操作技术、化合物的合成和表征技术、物性及参数测量技术,并上升为综合应用化学实验各项知识和技能进行化学研究等实验内容的道路,从教材编写到学生实验教学,真正融会贯通而又便于实际进行实验教学操作的改革模式。

在教材编写过程中参考了不少国内外有关化学实验教材、化学文献资料,在此对相关作者表示衷心感谢。

由于编者的水平有限,本教材中不妥和错误之处在所难免,希望读者批评指正。

编 者

于浙江大学宁波理工学院

2007年6月

目 录

第一章 基础测量技术.....	1
1.1 温度测量技术及温度计	1
1.1.1 温 标	1
1.1.2 温度计	3
1.2 温度控制技术	8
1.2.1 双位电子调节控温	8
1.2.2 PID 温度调节控制	10
1.2.3 恒温槽及其控温	12
1.3 压力测量技术.....	15
1.3.1 U 形液柱压力计	15
1.3.2 气压计.....	16
1.3.3 数字式压力计.....	17
1.4 光学测量技术.....	17
1.4.1 阿贝折光仪.....	18
1.4.2 旋光仪.....	21
1.5 电学测量技术.....	24
1.5.1 电导、电导率及其测定	24
1.5.2 电导率仪.....	25
1.5.3 标准电池.....	27
1.5.4 直流电位差计.....	28
1.5.5 参比电极与盐桥.....	30
1.6 无纸记录仪.....	32
1.6.1 键 盘.....	32
1.6.2 运行画面.....	33
1.6.3 组态画面.....	34
第二章 电化学测量及应用	36
实验 1 离子选择性电极测定含氟牙膏中氟含量	36

实验 2	氟离子选择电极测定饮用水中氟离子含量	38
实验 3	电位滴定法测定卤离子混合液中的氯、溴、碘	41
实验 4	电位滴定法测定铜(Ⅰ)-磺基水杨酸络合物的稳定常数	43
实验 5	电导的测定及其应用	46
实验 6	原电池电动势的测定及其应用	50
实验 7	电动势法测定热力学函数	55
实验 8	界面移动法测定氢离子迁移数	59
实验 9	恒电位法测定阳极极化曲线	63
实验 10	材料表面电化学处理	67
第三章 组成测定及结构分析		71
实验 11	火焰原子吸收法测定自来水中的钙含量	71
实验 12	气相色谱法测定苯、甲苯和乙醇的含量	74
实验 13	气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	77
实验 14	高效液相色谱法测定 APC 药物中的有效成分	80
实验 15	反相高效液相色谱法分离测定混合芳烃	84
实验 16	紫外光谱测定饮料中的咖啡因含量	87
实验 17	紫外分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	89
实验 18	红外光谱的样品制备方法	91
实验 19	苯甲酸的红外光谱测定	94
实验 20	荧光法测定维生素 B ₂	96
实验 21	有机混合物气相色谱—质谱分析	98
实验 22	蒸发光散射液相色谱法分析薯蓣皂素	100
第四章 物性及其测量		103
实验 23	恒温槽安装与性能测试	103
实验 24	物质燃烧热的测定	108
实验 25	液体饱和蒸气压的测定	116
实验 26	二组分完全互溶系统的气—液平衡相图	119
实验 27	二组分简单共溶体系相图的绘制	125
实验 28	二氧化碳的 pVT 关系测定和临界状态观测	128
实验 29	氨基甲酸铵分解反应平衡常数的测定	134
实验 30	蔗糖转化反应速率系数的测定	139
实验 31	甲酸氧化反应动力学	143

实验 32 乙酸乙酯皂化反应速率系数的测定	147
实验 33 溶液表面张力的测定及等温吸附	151
(一)最大气泡法测定溶液表面张力	151
(二)拉环法测定溶液表面张力	156
实验 34 固体比表面积的测定	160
(一)连续流动色谱法测定固体比表面积	160
(二)B. E. T 容量法测定固体比表面积	165
实验 35 溶胶界面电泳速度的测定	171
第五章 综合性和研究性实验	176
实验 36 用电化学方法合成有机化合物	176
实验 37 用脉冲气相色谱法对 Diels-Alder 加成反应进行动力学研究	181
实验 38 γ - Al_2O_3 的制备、表征及脱水活性评价	184
实验 39 用 ^1H NMR 法测定氯仿-丙酮的氢键缔合常数	190
实验 40 用气液色谱法测定无限稀溶液的活度系数	193
附录一 常用数据表	197
附录二 教学和研究参考资料汇编	201
(一)教学及实验参考书	201
(二)一般化学数据手册	203
(三)专用数据手册	206
(四)化学实验技术参考书	209
(五)字典与辞典	211
(六)常用化学信息网址	212

第一章 基础测量技术

1.1 温度测量技术及温度计

1.1.1 温 标

作为两个互为热平衡系统的特征参数——温度,都是用某一物理量作为测温参数来表征的。原则上只要该物理量能随冷热的变化发生单调、明显的变化,而且可以复现,都可以用于表征温度。如水银温度计利用等截面的汞柱高度、镍铬-镍硅热电偶利用两种金属的温差热电势、铂电阻温度计利用铂的电阻随温度变化而变化、饱和液体温度计利用液体饱和和蒸气压等进行测温。实验证明,不同的测温参数与温度值之间不存在同样的线性关系,而且温度本身又没有一个自然的起点,只能人为地规定一个参考点的温度值。因此,必须建立一套标准——温标,规定温度的零点及其分度的方法以统一温度的测量。

最科学的温标是由开尔文(Lord Kelvin)基于可逆热机效率由测温参数而建立的热力学温标,它与测温物质的性质无关。此温标下的温度即热力学温度 T ,单位开尔文,用 K 表示。由于可逆热机无法造成,故热力学温标不能在实际中应用。

根据理想气体定律,一定量的低压气体,其 p 、 V 、 T 关系与气体性质无关。据此建立的理想气体温标,用理想气体温度计可以去复现热力学温标下的温度值。理想气体温度计是国际第一基准温度计。如按照 $T=f(p)$,用气体压强来表征温度的恒容气体温度计。

鉴于理想气体温度计结构复杂,操作麻烦,不能得到广泛使用,因此,人们致力于建立一个易于使用且能精确复现,又能十分接近热力学温标的实用性温标,用它来统一世界各国温度的测量。这就是以热力学温标为基础,依靠理想气体温度计为桥梁的协议性的国际实用温标(IPTS)。其主要内容是:

(1) 用理想气体温度计确定一系列易于复现的高纯度物质相平衡温度作为定义固定点温度,并予以最佳的热力学温度值。

(2) 在不同温度范围内,规定统一使用不同的基准温度计,并按指定的固定点分度。

(3)在不同的定义固定点之间的温度,规定用统一的内插公式求取。

目前,我们贯彻的是 1975 年第十五届国际计量大会通过的 1968 年国际实用温标,即 IPTS68/75。它选取了如氧沸点(90.188K)、水三相点(273.16K)、水沸点(373.15K)、锌凝固点(692.73K)、金凝固点(1337.58K)等 11 个定义固定点和重复性差些的 31 个第二类参考点。基准温度计的使用规定,在 13.81K 到 630.74℃之间用基准铂电阻温度计,630.74℃到 1064.43℃之间用基准铂-铂 10 铱热电偶,1064.43℃以上用基准光学高温温度计。在不同温度区间也都规定了各自特定的内插公式及其求算方法。据此所测求的温度值与热力学温度极为接近,其差值在现代测温技术的误差之内。

为贯彻国际实用温标,测温仪器分为三级:基准温度计、标准温度计和一般测温计(或记录仪表)。根据测温精度要求不同,建立了一套温标传递系统(图 1-1),它是用上一等级的温度计对下一等级温度计进行标定与检验,以保证温度测量的统一。我国国家计量科学院与国际计量局直接挂钩,负责对国家级基准温度计进行校验,并定期标定各省、市计量单位的基准温度计。它还与各行业的测温工作形成一个逐级的温标传递组织网,通过对温度计的分度与校验以完成温标的传递,保证温度计量在国际范围内的一致性与准确性。

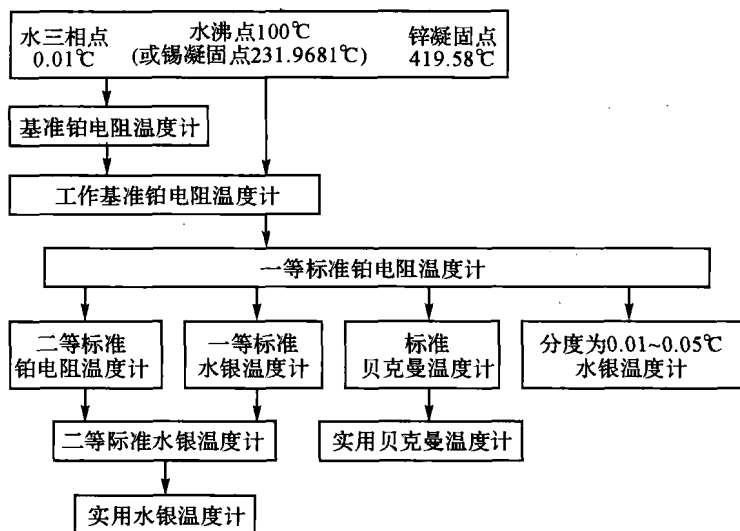


图 1-1 水银温度计的温标传递系统

应该指出,在 SI 制中,热力学温度单位为开尔文(K,1K 等于水三相点温度的 $\frac{1}{273.16}$),但在其专有名词导出单位中仍有摄氏温度 t 的名称, t 的单位符号

为 $^{\circ}\text{C}$ 。这里的 $^{\circ}\text{C}$ 已不是历史上所定的1大气压下水的冰点为 0°C ，沸点为 100°C 来分度的摄氏度，而是用热力学温度 T 按下式定义：

$$t = T - 273.15$$

所以，SI制中的摄氏温度仅是热力学温度坐标零点移动的结果，它反映了以 273.15K 为基点的热力学温度间隔。

1.1.2 温度计

1.1.2.1 水银-玻璃温度计

水银温度计是实验室中最常用的。因为水银容易提纯，导热系数大，热容小，膨胀系数比较均匀，不容易附着在玻璃壁上，不透明便于读数等等。水银温度计可用于 -30°C 到 300°C 温度范围，如果使用特硬玻璃并且在毛细管中充入一定量的氮气或氩气等惰性气体，可以使测量范围增加到 500°C ，甚至达到 750°C ；若在水银里加入8.5%的铊，配成铊汞齐，可以测到 -60°C 温度。水银温度计的优点是构造简单，读数方便，在相当大的温度范围内水银的体积随温度的变化接近于线性关系。水银温度计的读数误差主要来源于：玻璃毛细管内径不均匀；温度计的感温玻璃球受热后体积发生变化；全浸式温度计部分浸入使用等等。因此，使用玻璃温度测温时，需对温度计的读数进行如下校正。

(1) 零点校正 由于水银温度计下端玻璃球的体积可能会有所改变，导致温度读数与真实值不符，因此必须校正零点。校正的方法是把它与标准温度计比较校正，或用纯物质的相变点进行校正。冰水体系是最常用的一种。

(2) 露茎(水银柱露出待测体系)校正 温度计有“全浸”和“非全浸”(局浸)两种。“非全浸”温度计的刻度是按水银球插入待测介质之内，部分水银柱露在介质之外时进行校正得到的，这种温度计常在背面刻有校正时浸入量的刻度，在使用时若室温和浸入量均与校正时一致，所示温度就认为是正确的。

“全浸”温度计的刻度是把水银球和水银柱完全浸入被测的物质内时进行校正得到的。

所以只有把温度计全浸入被测的物质内才是正确的，但使用时往往受到测温系统的各种限制，只能局浸使用。这种影响需要进行校正，温度计的露茎校正如图1-2所示，其校正公式为：

$$\Delta t = 0.00016h(t_1 - t_2)$$

式中： Δt 是读数的校正值； t_1 是测量温度计的读数； t_2 是辅助温度计的读数； h 是水银柱露出待测系统外部分的度数。

校正后的真实温度为：

$$t_{\text{真}} = t_1 + \Delta t$$

水银-玻璃温度计是很容易损坏的仪器,使用时要小心。因水银在常温下会逸出蒸气,吸入人体内会使人受到严重毒害。所以,在使用中万一损坏了温度计而有水银洒出时,应尽可能地用吸汞管将汞珠收集起来,再用金属片(如 Zn、Cu)在汞溅落处多次扫过,最后用硫黄粉覆盖在有汞溅落的地方,并摩擦之,使汞变为 HgS ;也可用 KMnO_4 溶液使汞氧化。

1.1.2.2 热电偶温度计

当两种金属导体构成一个闭合线路,如果两连接端的温度不同,将产生一个与温差有关的电势,称为温差电势。温差电势的大小只与两个端点间的温差有关,而与导线的长短、粗细和导线本身的温度分布无关。这样的一对金属导体称为热电偶。在一定的温度范围内,温差电势 E 与两个接点的温度 T_1 、 T_2 间存在着函数关系: $E=f(T_1, T_2)$, 若其中一个接点(通常称为冷端)的温度保持不变,则温差电势就只与另一个接点(通常称为热端)的温度有关,即 $E=f(T)$ 。因此,在测得温差电势后,即可求出热端的温度。常用热电偶温度计的特性见表 1-1。

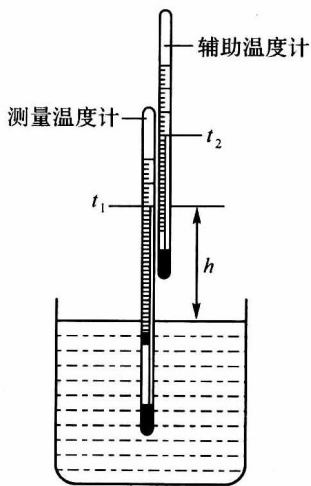


图 1-2 温度计的露茎校正

表 1-1 常用热电偶温度计的特性

类型	分度号	测温范围/ $^{\circ}\text{C}$	100 $^{\circ}\text{C}$ 电势/mV	备注
铜-康铜	T	-100~200	4.277	铜易氧化,宜在还原气氛中使用
镍铬-考铜	EA-2	0~600	6.808	热电势大,是很好的低温热电偶
镍铬-镍硅	K(EU-2)	200~1200	4.095	大于 500 $^{\circ}\text{C}$ 时要求用氧化气氛
铂-铂铑合金	S(LB-3)	0~1600	0.645	宜在氧化性或中性气氛中使用

在用热电偶温度计测量温度时,通常将热电偶的一个接点放在待测物体中(热端),而另一接点则放在储有冰水的保温瓶中(冷端),用记录仪或电位差计测出回路的电势。然后,用已知温度做校正曲线,就可测定待测物体的温度。表 1-2 列出了冷端温度为 0°C 时温度与热电势的关系,从表中可见,热电势的大小是毫伏级的,有时为了使温差电势增大,增加测量的精确度,可将几个热电偶串联成为热电堆使用,热电堆的温差电势等于各个热电偶热电势经放大,用数显方式显示电势(温度)制作而成。

表 1-2 温度与热电势的关系

热端温度/℃	当冷端温度为 0℃时热电偶的热电势/mV			
	铂-铂铑	镍铬-镍硅	镍铬-考铜	铜-康铜
0	0	0	0	0
100	0.645	4.095	6.808	4.277
200	1.43	8.13	14.66	9.29
300	2.31	12.21	22.90	14.86
400	3.25	16.40	31.48	20.87
500	4.22	20.65	40.15	
600	5.22	24.90	49.01	
700	6.25	29.14	57.74	
800	7.32	33.29	66.36	
900	8.42	37.33		
1000	9.57	41.27		
1100	10.72	45.10		
1200	11.91	48.81		
1300	13.12	52.37		
1400	14.31			
1500	15.50			
1600	16.68			

热电偶温度计是由两条不同金属的导线焊接制作而成的,使用时要把两条导线隔离开。在低温时,两条导线可以用绝缘漆隔离;在高温时,则用石英管、瓷管或玻璃管隔离,视使用温度不同而异。

1.1.2.3 金属热电阻温度计

金属热电阻温度计是中低温区最常用的一种温度检测器。它的主要特点是测量精度高,性能稳定。其中铂电阻温度计的测量精确度是最高的,它不仅广泛应用于工业测温,而且被制成标准温度计。金属热电阻测温系统一般由热电阻、连接导线和显示仪表等组成。

金属热电阻测温是基于金属导体的电阻值随温度的增加这一特性来进行温度测量的。金属热电阻大多由纯金属材料制成,目前应用最多的是铂和铜。此外,

还有采用镍、锰和铈等材料来制造的热电阻。

金属热电阻的结构形式有：普通型热电阻、铠装型热电阻、端面型热电阻和隔爆型热电阻等。

铠装型热电阻是由感温元件(电阻体)、引线、绝缘材料、不锈钢套管组合而成的坚实体，它的外径一般为2~8mm。与普通型热电阻相比，它有下列优点：①体积小，内部间隙小，热惯性小，测量滞后效应小；②机械性能好，耐振、抗冲击、能弯曲，便于安装；③使用寿命长等。

端面型热电阻的感温元件是由经过特殊处理的电阻丝绕制而成，紧贴在温度计端面。它与一般轴向热电阻相比，能更正确和快速地反映被测端面的实际温度，适用于测量轴瓦和其他机件的端面温度。

隔爆型热电阻是通过特殊结构的接线盒，把爆炸性混合气体因受到火花或电弧等影响而发生的爆炸限制在接线盒内，生产现场不会引起爆炸。

纯金属及多数合金的电阻率随着温度的升高而增加，即具有正的温度系数。在一定温度范围内，电阻-温度关系是线性的。若已知金属导体在温度 t_1 时的电阻 R_1 ，则温度 t 时的电阻 R 为

$$R = R_1 + \alpha R_1(t - t_1)$$

式中： α 为平均电阻温度系数。

对金属丝电阻温度计的要求是：①在测温范围内，电阻-温度关系应是线性的；②电阻温度系数应比较大；③具有大电阻率，这样，小尺寸下就有大电阻值；④金属丝电气性能的重复性好，以便使传感器具有良好的互换性。

因为铂容易提纯，并且性能稳定，具有重复性很高的电阻温度系数，所以由铂电阻与精密电桥组成的铂电阻温度计有着极高的精确度，是最佳和最常用的金属电阻温度计，其测量范围为 $-200\sim+500\text{ }^\circ\text{C}$ 。铂电阻温度计的感温元件是由纯铂丝用双绕法绕成的线圈(以石英、瓷片、云母等为骨架)。

铜丝电阻温度计也有一定的应用范围，其测温范围为 $-150\sim+180\text{ }^\circ\text{C}$ 。铜丝的优点是线性度好、电阻温度系数大。缺点是易被氧化，但若采用带玻璃绝缘的直径为 $0.01\sim0.02\text{mm}$ 微细铜丝，则可避免这一缺点。铜丝的另一缺点是电阻率低，制作温度传感器需要较长的芯线，因而外形很大；同时测量滞后效应较严重。

镍和铁的电阻温度系数和电阻率都较大，但其实际应用并不广。其原因是材料的重复性较差，温度-电阻关系较复杂，材料易被氧化。

1.1.2.4 热敏电阻温度计

目前，常用的热敏电阻是由金属氧化物半导体材料制成的。随着温度的变化，热敏电阻的电阻值会发生显著的变化。热敏电阻是一个对温度变化极其敏感

的元件,对温度的灵敏度要比铂电阻、热电偶等感温元件高得多,能直接将温度变化转换成电性能的变化(电阻、电压或电流的变化),因此,只要测量电性能的变化便可测出温度的变化。

根据电阻-温度特性,热敏电阻可分为两类:具有正温度系数的热敏电阻(简称 PTC)和具有负温度系数的热敏电阻(简称 NTC)。后者在工作温度范围内,其电阻温度系数为 $-6\% \sim -1\%K^{-1}$,它的电阻-温度关系为

$$R_T = Ae^{-B/T}$$

式中: R_T 为温度 T 时的热敏电阻阻值; A 、 B 分别为由热敏电阻的材料、形状、大小和物理特性所决定的两个常数,即使是同一种类、同一阻值的热敏电阻,其 A 、 B 也不完全一样。 R_T 与 T 之间为非线性关系,但当用它来测量较小的温度范围时,则近似为线性关系。

实验证明其测量的温差精度足可以和贝克曼温度计相比,而且还具有热容小、响应快、便于自动记录等优点。

热敏电阻的基本构造为:用热敏材料制成的敏感元件、引线和壳体。它可以做成各式各样的形状。图 1-3 是珠形热敏电阻的构造示意图。在实验中可将其作为电桥的一臂,其余三臂为纯电阻,如图 1-4 所示,其中 R_1 、 R_2 是固定电阻, R_3 是可变电阻, R_T 为热敏电阻, E 为电源。当某温度下将电桥调平衡,则无电压信号输给记录仪;当温度改变后,则电桥不平衡,将有电压信号输给记录仪,记录仪的笔将移动。只要标定出记录仪的笔相应每 $^{\circ}C$ 时走纸格数,就很容易求得所测的温差。

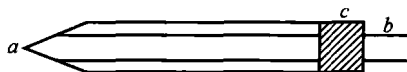


图 1-3 珠形热敏电阻构造示意图

a—热敏元件;b—引线;c—壳体

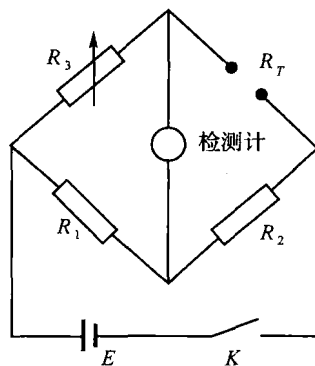


图 1-4 热敏电阻测温示意图

实验时要特别注意防止热敏电阻两条引线间漏电,否则将影响所测结果和记录仪的稳定性。

1.1.2.5 饱和蒸气温度计

饱和蒸气温度计的测温参数是液体的饱和蒸气压,可按饱和蒸气压与温度的单值函数关系而确定温度值。实验室中常见的氧饱和蒸气温度计多用于测定液氮的温度,不同温度下氧饱和蒸气压见表 1-3。

表 1-3 不同温度下氧饱和蒸气压

T/K	74	76	78	80	82	84	86	88	90	90.18
P/kPa	12.36	16.92	22.70	30.09	39.21	50.36	63.94	80.15	99.40	101.32

1.2 温度控制技术

在实验温度控制中,利用相变浴控温是一种高精度的控温方式,但可控制温度点非常有限。烘箱、冰箱、马弗炉、恒温水浴等是利用电子调节实施自动控温,可随意控制任何定点温度。对于要求定点控温的体系,一般采取双位电子调节恒温。对于要求控制温度以某种程序变化时(如程序升温中要求每分钟温度上升为定值),则需采用自动调流式的电子调节控温,即 PID 调节控温。

1.2.1 双位电子调节控温

双位电子调节控温的优点是控温可调范围宽、控制温度(也称设定温度)可随时要求调节、灵活性大、控温精度较高。现以恒温水浴为例说明这种控制的主要构件、工作原理、使用方法及其控温性能。

1.2.1.1 仪器构造及工作原理

双位电子调节控制温度仪器由传感器、电子调节器和执行器(加热器或致冷器)组成,其工作程序如图 1-5 所示。

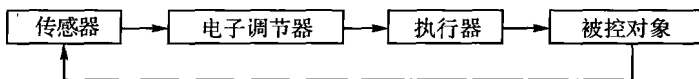


图 1-5 双位电子调节控温工作程序

传感器判定并指示控制体系的温度是否与要求控制温度一致,若不一致时,传感器将信息传递给电子调节器,由它指令执行器加热或致冷。恒温水浴中用的传感器可用电接点温度计或电阻温度计,烘箱或冰箱中用的传感器为双金属杆式温度计、热电偶或电阻温度计。控制调节器一般由电子管继电器构成,它具有接受信息、指令执行器通电工作(加热或致冷)或断电终止工作的功能。执行器与继电器中电磁开关相连,它是电加热器或电致冷系统的控制开关。显然,所谓双位电子调节控制温度仪器是一种在体系温度未达到设定温度值时能自动开启加

热或致冷,当温度达到设定温度时能自动停止加热或致冷的自动控温装置。其加热或致冷时的电功率为恒定值,工作状态只有通、断两种状态。

常用的控制器为电子管继电器,其工作原理如图 1-6 所示。 J 为继电器, G 为加热器或致冷器,电磁铁 J 吸合开关 K , J 、 K 构成电磁开关。 F 为接点温度计,作温度传感器用,其一线端 b 接温度计水银球,与变压器 E 相连,另一线端 a 在温度计内接指示铁(下连铂金丝,调节温度控制点),又与 6P1 型电子管 Q 的栅极相连,构成整个控制电路。

当被控体系温度未达到设定值时,电接点温度计铂丝 a 与水银柱 b 不相接,施加于电子管 Q 、电磁铁 J 上的交流电压处于半波整流状态。当板极 A 为正、阴极 B 为负时,栅极 C 通过高阻 R_2 降压,栅极电流极小,故有大的电流(直流电)通过板极至阴极。此时在电磁铁 J 上有大电流 i ,使开关 K 吸合,加热器通电加热。当达到控制温度时,水银柱 b 与铂丝相接导通,变压器输出端 C' 处负电压通过电接点温度计通路直接施加于栅极 C ,造成栅极电压低于阴极电压,阻碍阴极电子发射,使通过板极至阴极的电流 i 极大减小,同时迫使电磁铁 J 仅产生极小磁通量。当此电磁力小于开关 K 上 S 弹簧的拉力时,开关 K 被拉开,停止加热。当体系因散热温度下降后,则继电器重复上述工作过程,达到自动控温的目的。

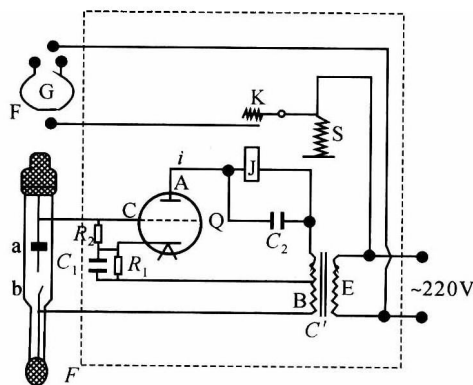


图 1-6 恒温水浴控温原理

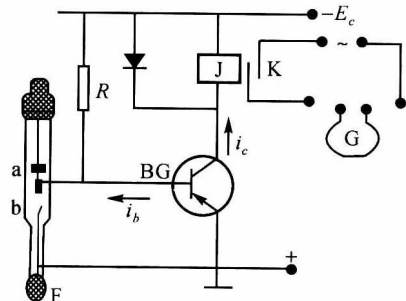


图 1-7 晶体管继电器控温原理

另一种常用的继电器为晶体管继电器,其工作原理与电子管继电器类似,如图 1-7 所示。当 a 、 b 未通时, E_c 通过 R 施压于 BG 的基极,注入正向电流 i_b ,使 BG 饱和导通,有大的电流通过发射极至集电极,使电磁铁 J 吸合开关 K ,导致加热器通电加热。当 a 、 b 接通,说明温度到达时,基极与发射极处于等电位点,无电流通过,此时发射极、集电极间电流不复存在,电磁开关断开而停止加热。由于晶体管不能在高温下使用,故不可用于烘箱、马弗炉的温度控制。

还有利用电阻温度计、电偶温度计做传感器,通过直流电桥的平衡与不平衡